

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 4 年 7 月 9 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 2 0 3 6 2 3

パリ条約による外国への出願
に用いる優先権の主張の基礎
となる出願の国コードと出願
番号

The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is

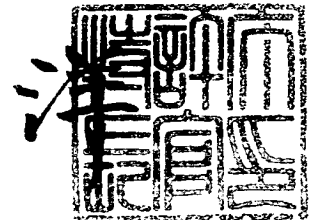
J P 2 0 0 4 - 2 0 3 6 2 3

出 願 人
Applicant(s): 三井金属鉱業株式会社

2 0 0 5 年 8 月 3 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許出願
【整理番号】 MS0829-P
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 B23K 20/00
C22C 21/00
【発明者】
【住所又は居所】 福岡県大牟田市大字唐船2081 三井金属鉱業株式会社 機能
材料事業本部 薄膜材料事業部内
【氏名】 加藤 和照
【発明者】
【住所又は居所】 福岡県大牟田市大字唐船2081 三井金属鉱業株式会社 機能
材料事業本部 薄膜材料事業部内
【氏名】 久保田 高史
【発明者】
【住所又は居所】 福岡県大牟田市大字唐船2081 三井金属鉱業株式会社 機能
材料事業本部 薄膜材料事業部内
【氏名】 木村 浩
【発明者】
【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市1333-2 三井金属鉱業株式会社 総合研
究所内
【氏名】 松浦 宣範
【発明者】
【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市1333-2 三井金属鉱業株式会社 総合研
究所内
【氏名】 松崎 健嗣
【特許出願人】
【識別番号】 000006183
【氏名又は名称】 三井金属鉱業株式会社
【代理人】
【識別番号】 110000268
【氏名又は名称】 特許業務法人 田中・岡崎アンドアソシエイツ
【代表者】 田中 大輔
【電話番号】 03-5805-3422
【連絡先】 担当は岡崎秀人
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 258450
【納付金額】 16,000円
【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1

【書類名】特許明細書の範囲

【請求項 1】

スパッタリングターゲット材のスパッタリングに使用される部分に、摩擦攪拌処理を行ったことを特徴するスパッタリングターゲット材。

【請求項 2】

スパッタリングターゲット材は、アルミニウム系合金である請求項 1 に記載のスパッタリングターゲット材。

【請求項 3】

アルミニウム系合金は、炭素を含有する請求項 2 に記載のスパッタリングターゲット材。

【請求項 4】

ニッケル、コバルト、鉄のいずれか一種以上の元素を含む請求項 2 又は請求項 3 に記載のスパッタリングターゲット材。

【請求項 5】

スパッタリングターゲット材が焼結材又は鋳造材である請求項 1 ～請求項 4 いずれかに記載のスパッタリングターゲット材。

【発明の名称】 スパッタリングターゲット材

【技術分野】

【0001】

本発明はスパッタリングターゲット材（以下、単にターゲット材と称する場合もある）に関し、特に、スパッタリング時に生じるアーキング現象やスプラッシュ現象を抑制されたアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、FPD（Flat Panel Display）、記録媒体、半導体デバイス等の分野においては、スパッタリングターゲット材が使用されている。また、FPD分野では、画面の大型化に伴いスパッタリングターゲット材自体の大型化が進行している。

【0003】

各分野で使用されるスパッタリングターゲット材は、様々な組成材質のものが知られているが、スパッタリング時におけるターゲット材特性として、アーキング現象やスプラッシュ現象を生じないことが、その組成の相違に関わらず要求される。

【0004】

このアーキング現象とは、スパッタリング時に生じる異常放電のことをいい、このアーキング現象が生じるとスパッタリングによる安定した薄膜形成を阻害する。また、スプラッシュ現象とは、スパッタリング時にターゲット材から発生する異常飛沫が基板等に付着することをいい、

この異常飛沫は通常のスパッタ粒子に比べて大きなものであるため、基材に付着した場合、均一な薄膜形成を阻害し、例えば、配線間のショートや断線等を生じさせる原因となる。

【0005】

このようなアーキング現象やスプラッシュ現象を抑制するためには、スパッタリングターゲット材の組織を微細化し、均質化することが行われている。空孔などの欠陥がなく、均質で、微細な組織のターゲット材であれば、スパッタリング時におけるアーキング現象やスプラッシュ現象が抑制され、より高い成膜速度も実現できるのである。

【0006】

ところで、スパッタリングターゲット材の製造方法としては、一般的には溶解鑄造法や粉末冶金法が採用されている。そして、均質で、微細な組織のターゲット材を得るためには、通常、ターゲット材の製造方法を改善することにより対応しているのが現状である。

【0007】

しかしながら、ターゲット材の組成は多種多様であり、また、近年の大型化対応のため、ターゲット材の製造方法の工夫による組織改変だけでは、アーキング現象やスプラッシュ現象を十分に抑制できない場合が生じ始めてきた。例えば、スパッタリングターゲット材の材質が複合材料のようなものである場合、製造方法での改善対応だけでは、母材中の分散粒子を均一に且つ微細に分散させることが十分に満足できるレベルまで実現できないもある（例えば、特許文献1参照）。

【特許文献1】特開2003-3258

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明は、以上のような事情を背景になされたものであり、スパッタリング時におけるアーキング現象やスプラッシュ現象を極力生じないように、均質且つ微細な組織に改変したスパッタリングターゲット材を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記課題を解決するために、本発明は、スパッタリングターゲット材のスパッタリング

に採用されるべきは、摩擦攪拌処理を行うことにより得られるものとした。本発明における摩擦攪拌処理とは、摩擦攪拌溶接（F S W : Friction Stir Welding）法を利用した組織改変処理のことをいう。具体的には、ターゲット材のスパッタリングに使用される部分に、ターゲット材の材質よりも硬い材質のプローブを当接し、プローブと該部分との間に相対的な循環運動（例えば、プローブを回転させながら移動する運動）を生じさせ、発生した摩擦熱により当該部分に塑性流動を生じさせるのである。この摩擦攪拌処理により塑性流動がされた部分の組織は、処理前よりも、均質で且つ微細なものとなる。その結果、本発明に係るスパッタリングターゲット材であれば、スパッタリング時のアーキング現象及びスプラッシュ現象を確実に抑制できるようになる。

【0010】

また、本発明における摩擦攪拌処理は、スパッタリングターゲット材の材質、特にその製造方法の材質には全く左右されないため、ターゲット材が焼結材であっても、鋳造材であっても、アーキング現象及びスプラッシュ現象を確実に抑制できるものとなる。

【0011】

本発明における摩擦攪拌処理はアルミニウム系合金のターゲット材に適用することが好ましく、更には、炭素を含有するアルミニウム系合金のターゲット材に適用することが望ましいものである。近年、液晶ディスプレイの配線材料として注目され、大面積の大型ターゲット材として市場に出回っているアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材は、ターゲット材の基本的な特性であるアーキング現象やスプラッシュ現象の抑制を厳しく要求されている。本発明のスパッタリングターゲット材であれば、アルミニウム系合金のターゲット材であっても、アーキング現象やスプラッシュ現象を十分に抑制でき、安定したスパッタリングが可能となる。また、炭素を含有するアルミニウム系合金は粒子分散型の複合材料ともいえ、このようなターゲット材の組織を均質且つ微細にすることは容易ではないため、アーキング現象やスプラッシュ現象を実用上満足できるレベルにまで抑制することが困難とされる傾向がある。しかし、本発明の摩擦攪拌処理を行うことで、炭素を含有したアルミニウム系合金のターゲット材であっても、アーキング現象やスプラッシュ現象が十分に抑制できる。

【0012】

また、本発明は、ニッケル、コバルト、鉄のいずれか一種以上の元素を含むアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材であっても、アーキング現象やスプラッシュ現象を確実に抑制することが可能となる。このような組成のアルミニウム系合金のターゲット材は、ITO膜に直接オーミック接合できる薄膜を形成でき、シリコン上に薄膜を直接形成しても、シリコンとアルミニウムの相互拡散が生じず、比抵抗が低く、耐熱性に優れた配線を形成できるものである。ところが、このような組成のアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材は、炭化物や金属間化合物がアルミニウム母相中に分散した組織となることが知られているが、本発明のスパッタリングターゲット材であれば、この炭化物や金属間化合物が均質且つ微細にアルミニウム母相中に分散しているので、アーキング現象やスプラッシュ現象を生じにくくなる。このようなアルミニウム系合金としては、例えば、アルミニウム－炭素－ニッケル合金、アルミニウム－炭素－ニッケル－コバルト合金などが挙げられる。また、その組成としては、ニッケル、コバルト、鉄のうち少なくとも一種以上の元素を0.5～7.0 at %と、炭素を0.1～3.0 at %とを含有し、残部がアルミニウムとすることができる。

【発明の効果】

【0013】

以上のように、本発明に係るスパッタリングターゲット材は、その組成や大きさ、製造方法による材質の相違などに関わらず、スパッタリングに使用される部分が均質且つ微細な組織となっているので、スパッタリング時のアーキング現象やスプラッシュ現象を確実に抑制できる。そして、本発明は、大面積化の進行する液晶ディスプレイに使用されるアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材に特に有効なものである。

【発明を実施するための最良の形態】

本発明の好ましい実施形態について、実施例及び比較例に基づき説明する。

【 0 0 1 5 】

実施例：本実施例及び比較例のターゲット材は、以下のようにして製造した炭素を含有するアルミニウム系合金である。まず、カーボンルツボ（純度 99.9%）に、純度 99.99%のアルミニウムを投入して、1600～2500℃の温度範囲内に加熱してアルミニウムを溶解した。このカーボンルツボによるアルミニウムの溶解は、アルゴンガス雰囲気中で雰囲気圧力は大気圧として行った。この溶解温度で約5分間保持し、カーボンルツボ内にアルミニウム-炭素合金を生成した後、その溶湯を炭素鋳型に投入して、放置することにより自然冷却して鋳造した。

【 0 0 1 6 】

この炭素鋳型に鋳造したアルミニウム-炭素合金の鋳塊を取り出し、純度 99.99%のアルミニウムとニッケルとを所定量加えて、再溶解用のカーボンルツボに投入して、800℃に加熱することで再溶解し、約1分間攪拌を行った。この再溶解も、アルゴンガス雰囲気中で、雰囲気圧力は大気圧にして行った。攪拌後、溶湯を銅水冷鋳型に鋳込むことにより、板形状の鋳塊を得た。さらに、この鋳塊を圧延機により、厚さ 20 mm、幅 400 mm×長さ 600 mmの板状ターゲット材を形成した。

【 0 0 1 7 】

そして、この実施例のターゲット材は、上述のようにして製造したターゲット材の片面側に対し、摩擦攪拌処理を行った。摩擦攪拌処理は、図1に示すように、市販の摩擦攪拌接合装置のスターロッド1をターゲット材Tの上部に直接配置して行った。このスターロッド1の先端部2（鋼製）を所定の回転速度及び送り速度に設定し、ターゲット材Tのほぼ全面を渡って移動させた。このとき、スターロッド1の先端は、深さ 12 mm程度、ターゲット材中に進入した状態であった。片面側のほぼ全面を摩擦攪拌処理した後、ターゲット材を反転して、未処理側の面についても同じ条件で摩擦攪拌処理を行った。この結果、実施例のターゲット材は、ほぼ全体に摩擦攪拌処理がされ、厚み方向に関しても、全厚みに渡って摩擦攪拌処理がされた状態となっていた。実施例の比較として、FSW処理を行っていないターゲット材を比較例として用いた。

【 0 0 1 8 】

上記した実施例及び比較例のターゲット材について、その表面のSEM観察、表面粗度測定、アーキング特性、スプラッシュ特性について調査を行った。

【 0 0 1 9 】

図2及び図3には比較例のSEM観察、図4及び図5には実施例のSEM観察の結果を示している。図2で示す比較例では、針状の黒っぽい析出物が見受けられるが、この析出物は炭化物である Al_4C_3 であった（図2写真の中央に見える黒い針状析出物、長さ約50 μm ）。また、図2及び図3で白い斑点状に見える部分は、金属間化合物である Al_3Ni の析出物であったが、図3に示すように、この Al_3Ni の析出物は縞状に分布している状態のところが多数箇所観察された。一方、図4及び図5の実施例の場合、炭化物である Al_4C_3 は、図2で見られたような比較的大きな状態の析出物としては観察されず、全体的に均等に分散している状態として観察された。また、金属間化合物である Al_3Ni は、比較例のように縞状に分布している状態は殆ど確認されなく、全体的にほぼ均等に分散している状態が確認された。

【 0 0 2 0 】

次に、アーキング特性の結果について説明する。このアーキング特性は、上記した板状のターゲット材から円板（直径 203.2 mm×厚さ 10 mm）のスパッタリングターゲットを切り出し、市販のスパッタリング装置（トッキ株式会社製 MSL-464）に装着して、投入電力 12 W/cm²で、所定時間スパッタリングを行い、そのスパッタ処理中に該装置がカウントした異常放電回数によって調べた。その結果、比較例の場合、3.5 hrのスパッタ時間中 4447回の異常放電が発生した。一方、実施例の場合、3.5 hrのスパッタ時間中 250回しか異常放電は発生しなかった。

【 0 0 2 1 】

最後に、スブラッシュ特性の結果について説明する。上記アーキング特性の場合と同様な条件で、1時間のスパッタリングを行い、ガラス基板上にAl-Ni-C合金薄膜を形成した。その後、その薄膜表面を観察することにより、10 μ m以上のスブラッシュ（異常飛沫）が存在しているかを調査した。その結果、比較例のターゲット材では多数の異常飛沫が確認されたが、実施例では10 μ m以上の異常飛沫は全く確認されなかった。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 2 】

【図1】 摩擦攪拌接合処理を示す概略図。

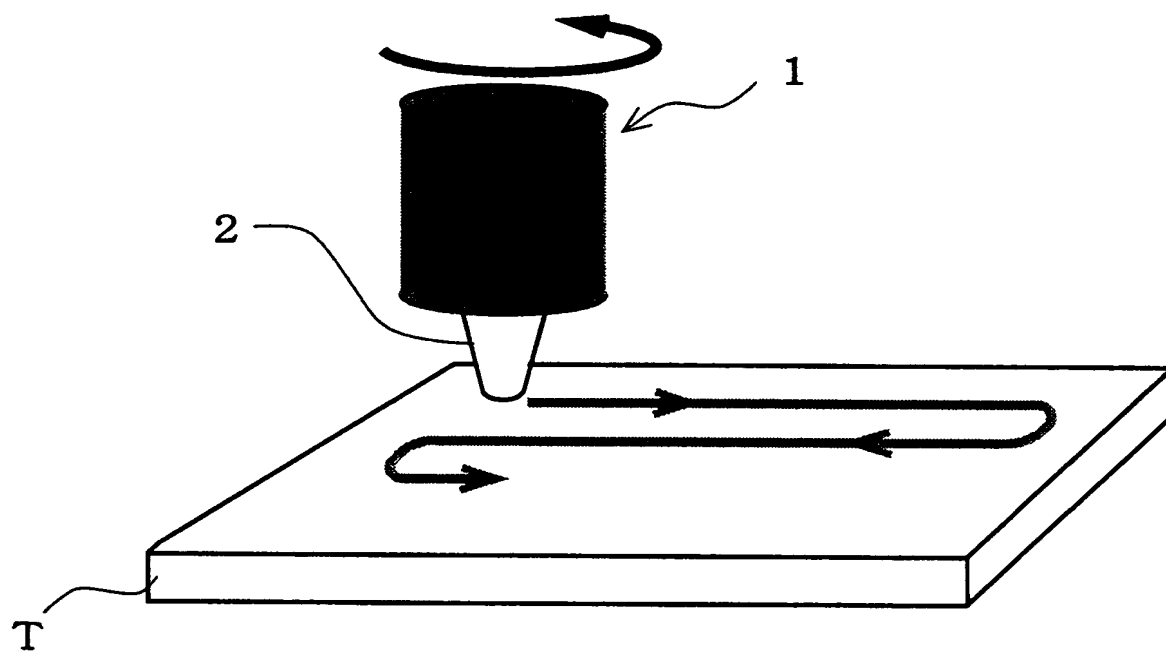
【図2】 比較例のターゲット材表面のSEM観察写真（500倍）。

【図3】 比較例のターゲット材表面のSEM観察写真（500倍）。

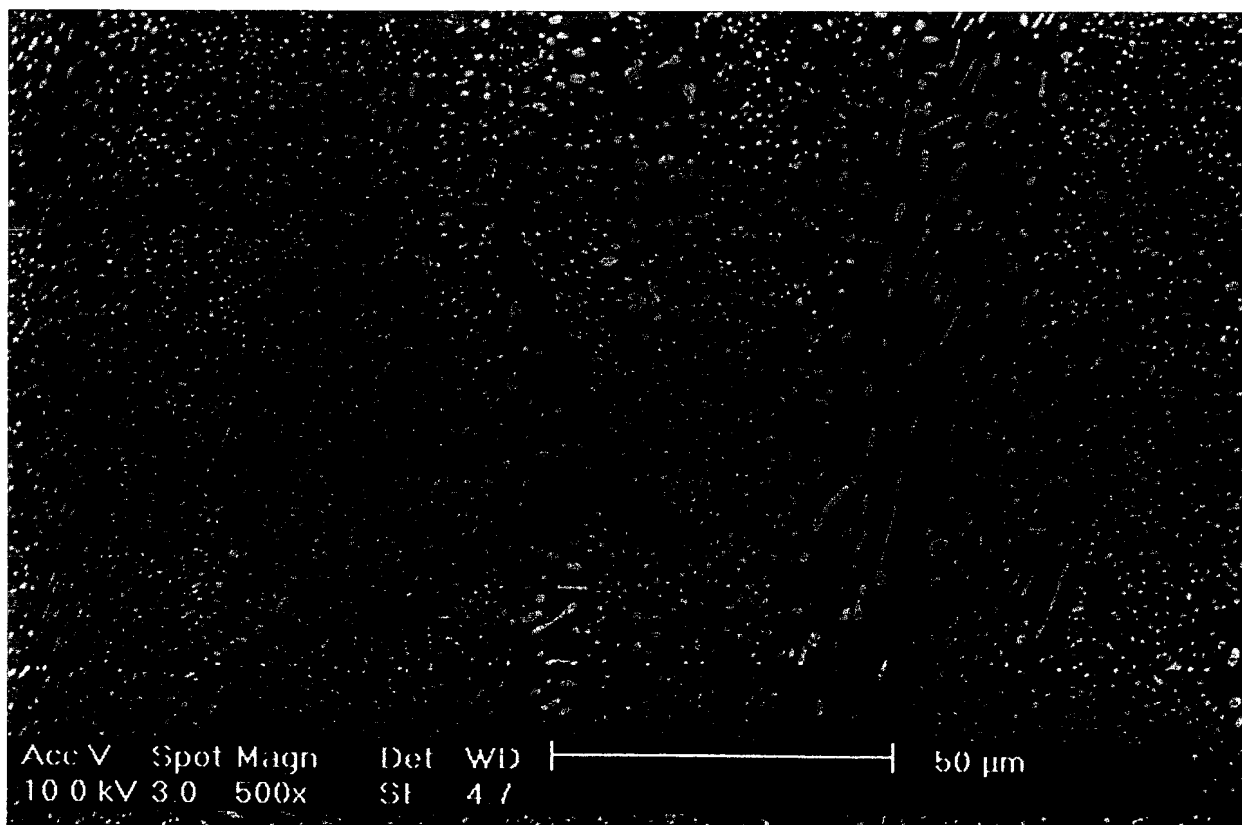
【図4】 実施例のターゲット材表面のSEM観察写真（500倍）。

【図5】 実施例のターゲット材表面のSEM観察写真（500倍）。

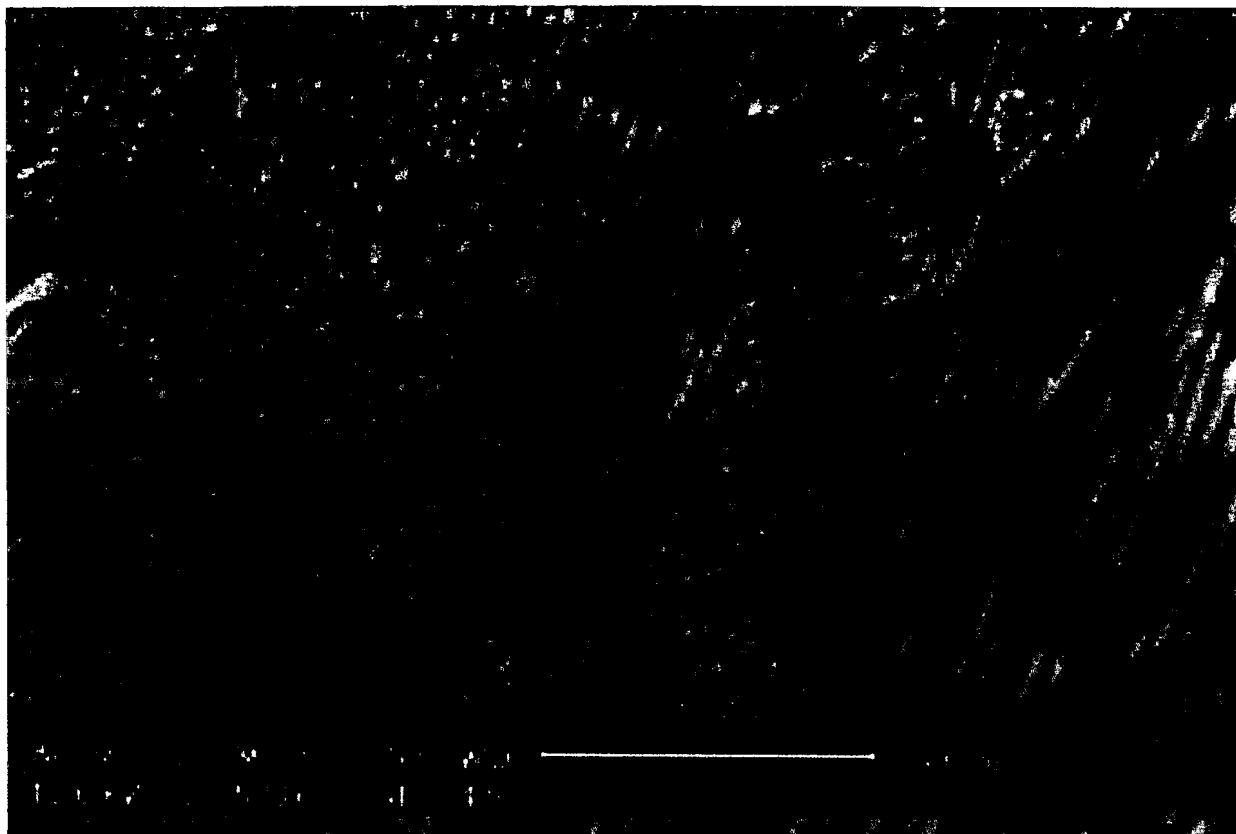
【図 1】



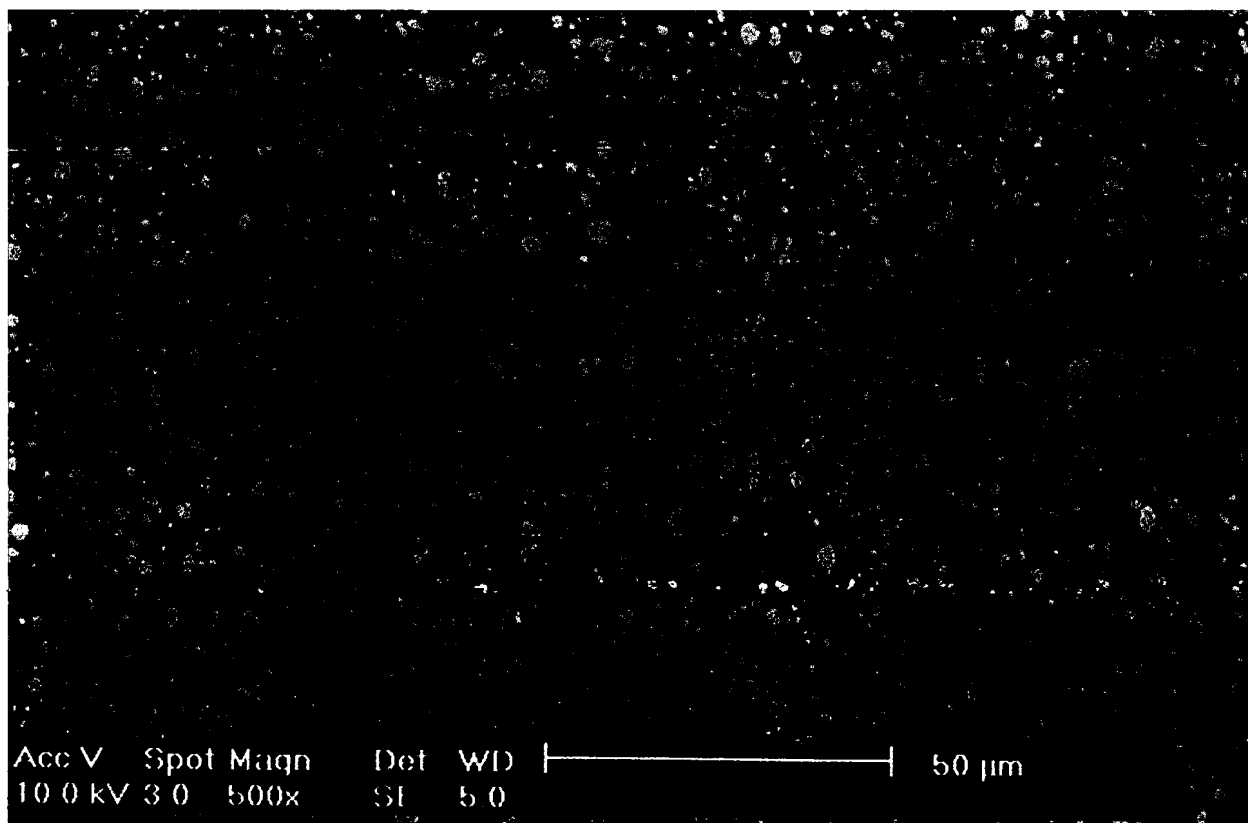
【図 2】



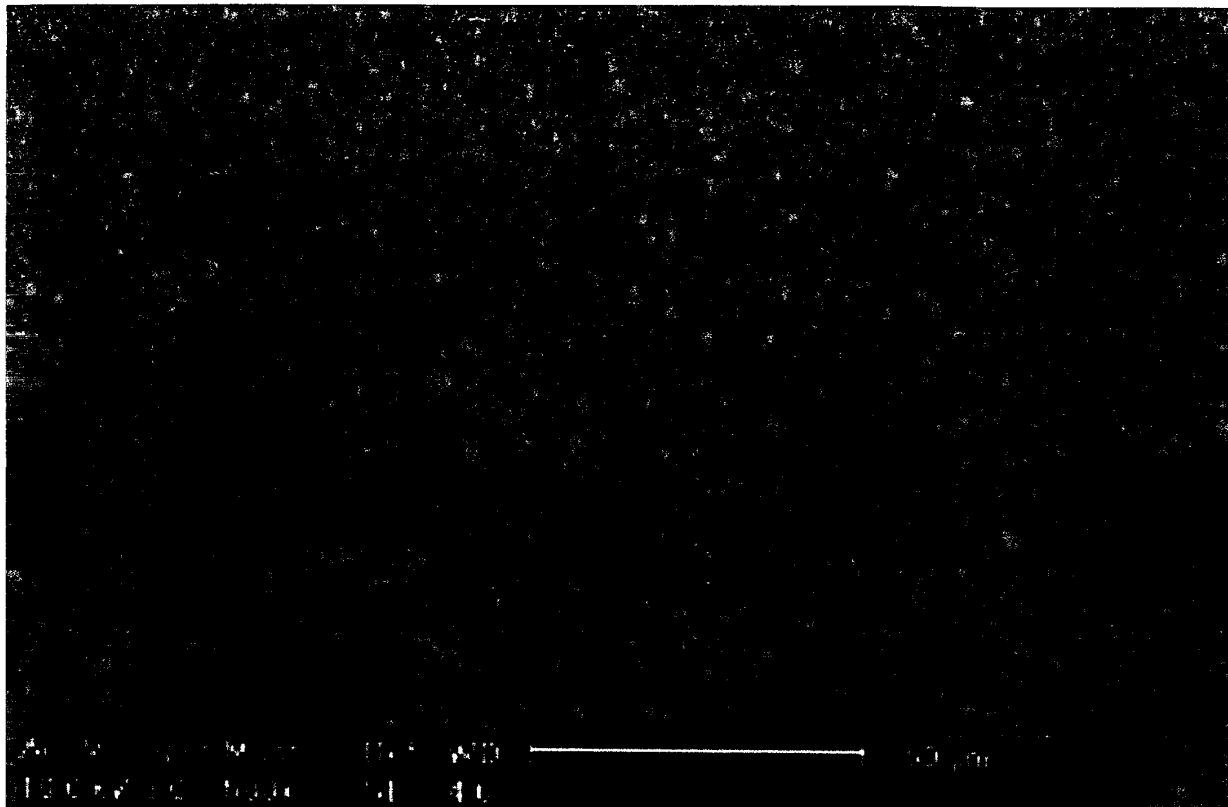
BEST AVAILABLE COPY



【 4 】



BEST AVAILABLE COPY



BEST AVAILABLE COPY

【要約】

【課題】 スパッタリング時におけるアーキング現象やスプラッシュ現象を極力生じないようにされたスパッタリングターゲット材を提供する。

【解決手段】 スパッタリングターゲット材のスパッタリングに使用される部分に摩擦攪拌処理を行うものであり、炭素を含有するアルミニウム系合金のスパッタリングターゲット材や大型のスパッタリングターゲット材であっても、スパッタリング時におけるアーキング現象やスプラッシュ現象が確実に抑制されたものとなる。

【選択図】 なし

0 0 0 0 0 6 1 8 3

19990112

住所変更

東京都品川区大崎 1 丁目 1 1 番 1 号

三井金属鉱業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.